

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-169024
(43)Date of publication of application : 14.06.2002

(51)Int.CI. G02B 5/30
B29D 11/00
B32B 27/30
// B29K 29:00

(21)Application number : 2001-141156 (71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD
(22)Date of filing : 11.05.2001 (72)Inventor : MATSUMOTO KOJI
HAYASHI SHIGETOSHI

(30)Priority
Priority number : 2000286895 Priority date : 21.09.2000 Priority country : JP

(54) IODINE-CONTAINING POLARIZING PLATE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polarizing plate capable of neutral-gray white display and black display and giving clear white display and high-contrast display and to provide a method for producing the polarizing plate.

SOLUTION: The iodine-containing polarizing plate is obtained by sticking a protective film to at least one face of a uniaxially stretched polyvinyl alcohol resin film with absorbed and oriented iodine. The simplex transmittance of the polarizing plate is $\geq 42.5\%$ and the polarization of degree is $\geq 99\%$. When a^* and b^* of a parallel hue obtained in accordance with JIS Z 8729 are represented by (parallel a^*) and (parallel b^*), respectively, and a^* and b^* of an orthogonal hue are represented by (orthogonal a^*) and (orthogonal b^*), respectively, the absolute value of a neutral coefficient N_p calculated by the expression $N_p = \sqrt{(parallel\ a^*)^2 + (parallel\ b^*)^2} - \sqrt{(orthogonal\ a^*)^2 + (orthogonal\ b^*)^2}$ is in the range of 0–4 and the polarizing plate satisfies the expression $\sqrt{(parallel\ a^*)^2 + (parallel\ b^*)^2} < 45$. In the method for producing the polarizing plate, conditions are set so as to satisfy those relations.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-169024

(P2002-169024A)

(43)公開日 平成14年6月14日 (2002.6.14)

(51)Int.Cl.⁷
G 0 2 B 5/30
B 2 9 D 11/00
B 3 2 B 27/30
// B 2 9 K 29:00

識別記号
G 0 2 B 5/30
B 2 9 D 11/00
B 3 2 B 27/30
B 2 9 K 29:00

F I
G 0 2 B 5/30
B 2 9 D 11/00
B 3 2 B 27/30
B 2 9 K 29:00

テマコート[®](参考)
2 H 0 4 9
4 F 1 0 0
1 0 2
4 F 2 1 3

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全9頁)

(21)出願番号

特願2001-141156(P2001-141156)

(22)出願日

平成13年5月11日 (2001.5.11)

(31)優先権主張番号

特願2000-286895(P2000-286895)

(32)優先日

平成12年9月21日 (2000.9.21)

(33)優先権主張国

日本 (JP)

(71)出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72)発明者 松元 浩二

高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業

株式会社内

(72)発明者 林 成年

高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業

株式会社内

(74)代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ヨウ素系偏光板及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 よりニュートラルグレーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明るく、コントラストの高い表示が得られる偏光板を提供し、さらにはその製造方法を提供する。

【解決手段】 一軸延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面*

$$Np = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

により計算されるニュートラル係数Np の絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式 (II)

$$\sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} < 4.5 \quad (II)$$

*に保護フィルムが貼合された偏光板であって、単体透過率が42.5%以上、偏光度が99%以上であり、そしてJIS Z 8729に従って求められる平行色相のa*及びb*をそれぞれ(平a*)及び(平b*)とし、直交色相のa*及びb*をそれぞれ(直a*)及び(直b*)としたとき、これらの値から下式 (I)

を満たすヨウ素系偏光板が提供され、さらに、これらの関係を満たすように条件を設定してヨウ素系偏光板を製造する方法も提供される。

【特許請求の範囲】

【請求項1】一軸延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に保護フィルムが貼合されてなる偏光板であって、単体透過率が42.5%以上であり、偏光度が99%以上である*

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

により計算されるニュートラル係数Npの絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式(II)

$$\sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} < 4.5 \quad (II)$$

の関係を満たすことを特徴とするヨウ素系偏光板。

【請求項2】単体透過率が43.5%以上である請求項1記載の偏光板。

【請求項3】偏光度が99.8%以上である請求項1又は2記載の偏光板。

【請求項4】波長380nmにおける単体透過率が1%以下である請求項1~3のいずれかに記載の偏光板。

【請求項5】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムを一軸延伸する工程、該ポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着された該ポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処※

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

により計算されるニュートラル係数Npの絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式(II)

$$\sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} < 4.5 \quad (II)$$

の関係を満たすように条件を設定することを特徴とする、ヨウ素系偏光板の製造方法。

【請求項6】ホウ酸水溶液による処理が70℃以上の温度で行われる請求項5記載の方法。

【請求項7】水洗が20℃以上の温度で行われる請求項5又は6記載の方法。

【請求項8】水洗後に乾燥する工程を包含し、その際の温度が80℃以下である請求項5~7のいずれかに記載の方法。

【請求項9】ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際の乾燥が60秒以上かけて行われる請求項5~8のいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に保護フィルムが貼合されてなるヨウ素系偏光板及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに二色性物質が吸着配向された偏光フィルムは、通常少な

*り、そしてJIS Z 8729に従って求められる平行色相のa*及びb*をそれぞれ(平a*)及び(平b*)とし、同じく直交色相のa*及びb*をそれぞれ(直a*)及び(直b*)としたときに、これらの値から下式(I)

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

※理する工程、該ホウ酸水溶液による処理後に水洗する工程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向され

- 10 た一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に接着剤を介して保護フィルムを貼合する工程を包含する偏光板の製造方法であって、該ホウ酸水溶液が、水100重量部に対してヨウ化カリウムを5重量部以上含有し、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合して乾燥する際に、その乾燥時間の半分以上を70℃以下の温度で行い、かつ、得られる偏光板につき、JIS Z 8729に従って求められる平行色相のa*及びb*をそれぞれ(平a*)及び(平b*)とし、同じく直交色相のa*及びb*をそれぞれ(直a*)及び(直b*)としたときに、これらの値から下式(I)

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

くとも片面に保護フィルムが貼り合わされた偏光板の形態で、液晶表示装置用部材の一つとして用いられている。ところが、従来の偏光板を液晶表示装置、特に反射型液晶表示装置に用いると、液晶表示画面の白表示が黄色に着色して見えるという問題があった。かかる問題を

- 30 解決するために、例えば、特開平8-304624号公報などには、偏光板の透過スペクトルの形状を変えることにより、画面の白表示の着色が抑えられることが報告されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記公報に記載される偏光板は、一般に用いられている偏光板と比較して偏光度が低く、また直交色相が青くなってしまう。したがって、このような偏光板を用いた液晶表示画面は、コントラストが低く、また黒表示が青く着色してしまうという不具合があった。さらに近年、各種反射型液晶表示装置のカラー化が急ピッチで進行ってきており、白表示も黒表示もニュートラルグレーで、かつ高コントラストの表示が可能な偏光板の開発が求められている。

- 【0004】そこで本発明者らは、よりニュートラルグレーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明るく、コントラストの高い表示が得られる偏光板を開発すべく鋭意研究を行った結果、二色性物質としてヨウ素を用いたヨウ素系偏光板に、平行色相と直交色相とから計算されるニュートラル係数という概念を導入し、そのニ

3
ニュートラル係数の絶対値が特定範囲内となるようにし、かつ単体透過率及び偏光度が特定値以上である偏光板が、目的とする性能を有することを見出し、本発明に至った。したがって本発明の目的は、よりニュートラルグレーな白表示及び黒表示が可能で、さらに白表示が明るく、コントラストの高い表示が得られる偏光板を提供し、さらにはその製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、一軸*

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

【0007】により計算されるニュートラル係数Npの絶対値が0以上4以下の範囲にあり、そして下式(II)

【0008】

$$\sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} < 4.5 \quad (II)$$

【0009】の関係を満たすヨウ素系偏光板を提供するものである。

【0010】また本発明によれば、ポリビニルアルコール系樹脂フィルムを一軸延伸する工程、そのポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処理する工程、そのホウ酸水溶液による処理後に水洗する工程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に接着剤を介して保護フィルムを貼合する工程を経て偏光板を製造するにあたり、上記のホウ酸水溶液が、水100重量部に対してヨウ化カリウムを5重量部以上含有し、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際に70℃以下の温度で乾燥させ、かつ得られる偏光板が、0以上4以下の上記式

(I)により計算されるニュートラル係数Npの絶対値を有するとともに、上記式(II)の関係を満たすように条件を設定して、ヨウ素系偏光板を製造する方法も提供される。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明に係る偏光板は、一軸延伸されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着配向させたいわゆるヨウ素系偏光フィルムの少なくとも片面に、保護フィルムを貼合したものである。偏光フィルムを構成するポリビニルアルコール系樹脂は通常、ポリ酢酸ビニル系樹脂をケン化することにより得られる。ポリ酢酸ビニル系樹脂としては、酢酸ビニルの単独重合体であるポリ酢酸ビニルのほか、酢酸ビニル及びこれと共に重合可能な他の単量体の共重合体などが例示される。酢酸ビニルに共重合される他の単量体としては、例えば、不飽和カルボン酸類、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸類などが挙げられる。ポリビニルアルコール系樹脂のケン化度は、通常85～100

*延伸され、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に保護フィルムが貼合されてなる偏光板であって、単体透過率が42.5%以上であり、偏光度が99%以上であり、そしてJIS Z 8729に従って求められる平行色相のa*及びb*をそれぞれ(平a*)及び(平b*)とし、直交色相のa*及びb*をそれぞれ(直a*)及び(直b*)としたときに、これらの値から下式(I)

【0006】

$$N_p = \left| \sqrt{(平 a^*)^2 + (平 b^*)^2} - \sqrt{(直 a^*)^2 + (直 b^*)^2} \right| \quad (I)$$

0モル%、好ましくは98～100モル%の範囲である。このポリビニルアルコール系樹脂はさらに変性されていてもよく、例えば、アルデヒド類で変性されたポリビニルホルマールやポリビニルアセタールなども使用し得る。ポリビニルアルコール系樹脂の重合度は、通常1,000～10,000、好ましくは1,500～10,000の範囲である。

【0012】ヨウ素系偏光板は通常、このようなポリビニルアルコール系樹脂フィルムを一軸延伸する工程、このポリビニルアルコール系樹脂フィルムをヨウ素で染色して当該ヨウ素を吸着させる工程、ヨウ素が吸着されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処理する工程、このホウ酸水溶液による処理後に水洗する工程、及びこれらの工程が施されてヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムの少なくとも片面に保護フィルムを貼合する工程を経て、製造される。一軸延伸は、ヨウ素染色の前に行ってよいし、ヨウ素染色と同時にに行ってよいし、ヨウ素染色の後に行ってよい。一軸延伸をヨウ素染色後に行う場合には、この一軸延伸は、ホウ酸処理の前に行ってよいし、ホウ酸処理中に行ってよい。またもちろん、これらの複数の段階で一軸延伸を行うことも可能である。一軸延伸するには、周速の異なるロール間で一軸に延伸してもよいし、熱ロールを用いて一軸に延伸してもよい。また、大気中で延伸を行う乾式延伸であってもよいし、溶剤で膨潤した状態で延伸を行う湿式延伸であってもよい。延伸倍率は、通常4～8倍程度である。

【0013】ポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素を吸着配向させるためには、通常、ヨウ素及びヨウ化カリウムを含有する水溶液に、このポリビニルアルコール系樹脂フィルムを浸漬して染色する方法が採用される。この水溶液におけるヨウ素の含有量は通常、水100重量部あたり0.01～0.5重量部程度であり、ヨウ化カリウムの含有量は通常、水100重量部あたり0.5～1.0重量部程度である。この水溶液の温度は、通常20～40℃程度であり、また、この水溶液への浸漬時間は、通常30～300秒程度である。

【0014】ヨウ素染色後のホウ酸処理は、ヨウ素により染色されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホ

ウ酸水溶液に浸漬することにより行われる。ホウ酸水溶液におけるホウ酸の含有量は通常、水100重量部あたり2~15重量部程度、好ましくは5~12重量部程度である。またこのホウ酸水溶液は、ヨウ化カリウムを含有するのが好ましい。ホウ酸水溶液への浸漬時間は、通常100~1,200秒程度、好ましくは150~600秒程度、さらに好ましくは200~400秒程度である。

【0015】ホウ酸処理後のポリビニルアルコール系樹脂フィルムは、通常、水洗処理される。水洗処理は、例えば、ホウ酸処理されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムを水に浸漬することにより行われる。水洗後は乾燥処理が施されて、ヨウ素が吸着配向されたポリビニルアルコール系樹脂フィルム、すなわちヨウ素系偏光フィルムが得られる。

【0016】かくして得られる偏光フィルムは、通常の場合と同様、その片面又は両面に保護フィルムを積層して、偏光板とされる。保護フィルムとしては、例えば、トリアセチルセルロースやジアセチルセルロースのようなセルロースアセテート樹脂フィルム、アクリル樹脂フィルム、ポリエステル樹脂フィルム、ポリアリレート樹脂フィルム、ポリエーテルサルホン樹脂フィルム、ポリノルボルネン樹脂フィルムのような環状ポリオレフィン樹脂フィルムなどが挙げられ、その厚みは、通常30~200μm程度である。保護フィルムは、トリアゾール系、ベンゾフェノン系などの紫外線吸収剤を含有しているよく、通常その添加量は、フィルム単体の波長380nmにおける透過率が10%以下になる量である。紫外線吸収剤が含まれていない保護フィルムを用いるほうが本発明の偏光板を得やすいが、少なくとも液晶表示素子のフロント偏光板として使用する用途には、紫外線吸収剤入りの保護フィルムを用いるほうが好ましい。

【0017】偏光フィルムと保護フィルムの積層には通常、透明で光学的に等方性の接着剤が用いられ、かかる接着剤としては、例えば、ポリビニルアルコール系接着剤が挙げられる。通常、接着剤は溶剤に溶解した状態で使用されるので、偏光フィルムと保護フィルムを、接着剤を介して貼合した後は、溶剤を除去するために乾燥を行う必要がある。上記のポリビニルアルコール系接着剤を用いる場合は通常、水又は、水と親水性有機溶媒との混合液が溶剤となる。溶剤の除去は通常、熱風乾燥により行われるが、本発明の偏光板を得るために、乾燥時間の半分以上が70°C以下の温度となるようにするのが好ましい。この範囲で、乾燥温度は低いほうが好ましいが、乾燥が十分でないと、接着剤中の溶剤が十分に蒸散せず、後工程で不具合を生じることがあるため、乾燥直後の偏光板の水分率が4重量%以下、好ましくは3.8重量%以下となるように、乾燥炉の温度を選択するのがよい。乾燥は、单一の温度で行ってもよく、また温度の異なる複数の乾燥炉を用いて行ってもよい。前者の場合

は、乾燥炉の温度を70°C以下に設定することになるが、後者の場合は、複数の乾燥炉を通過する合計時間のうち半分以上が70°C以下となる範囲で、他の乾燥炉の温度が70°Cを超えていても差し支えない。乾燥時間は、通常20~1,200秒程度であり、複数の乾燥炉を通過させる場合は、その合計時間がこの範囲となるようにするのがよい。

【0018】かくして得られる偏光板は、その表面にハードコート層、反射防止層、防眩層などを有していてもよい。また通常は、上記偏光板の少なくとも片面に粘着剤が塗布されている。

【0019】このようにして、一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムにヨウ素が吸着配向され、その少なくとも片面に保護フィルムが貼合されたヨウ素系偏光板が得られるのであるが、本発明の偏光板は、42.5%以上の単体透過率及び99%以上の偏光度を有し、かつJIS Z 8729に従って求められる平行色相のa*及びb*並びに直交色相のa*及びb*から前記式(I)により計算されるニュートラル係数Npの絶対値が0以上4以下であり、そして平行色相のa*(平a*)及びb*(平b*)が前記式(II)の関係を満たすものである。表示を明るくするためには、単体透過率は43%以上、さらには43.5%以上であるのがより好ましい。また偏光度も、高ければ高いほど好ましく、99.5%以上、さらには99.8%以上であるのがより好ましい。

【0020】さらに、本明細書でいう平行色相とは、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が同一となるように重ねた状態で自然光(偏りのない光)をあてたときに得られる色相を意味し、また直交色相とは、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が直交するように重ねた状態で、自然光(偏りのない光)をあてたときに得られる色相を意味する。L*a*b*表色系では、a*及びb*がそれぞれゼロに近いほど色相がニュートラルグレーとなる。なお、JIS Z 8729に定める物体色の表示方法は、国際照明委員会(Comission Internationale de l'Eclairage、略称CIE)発行のPublication CIE No. 15.2(1986), COLORIMETRY, SECOND EDITIONの4.に定める物体色の表示方法に相当する。

【0021】そして、前記式(I)により計算されるニュートラル係数Npは、本発明者らによって導入された概念であるが、その絶対値が0以上4以下である偏光板を液晶表示装置に用いると、既存の偏光板を用いた場合に比べ、白表示及び黒表示ともにニュートラルグレーの色相となり、視認性が良好となる。式(I)から明らかのように、平行色相のa*及びb*(平a*及び平b*)並びに直交色相のa*及びb*(直a*及び直b*)がいずれも小さければ、ニュートラル係数Npの絶対値は小さくなるが、それ以外にも、例えば、平行色相のa*(平a*)の絶対値が、直交色相のa*(直a*)及びb*(直b*)のいずれか一方の絶対値に近く、かつ平行色相の

b* (平b*) が、直交色相の a* (直a*) 及び b* (直b*) のもう一方の絶対値に近い場合でも、ニュートラル係数Np の絶対値は小さくなる。このニュートラル係数Np の絶対値は、小さければ小さいほど好ましく、例えば、3以下、さらには2以下であるのが一層好ましい。

【0022】一般に、平行色相でも直交色相でも、a* はゼロに近い値となりやすいが、b* はその絶対値が変動しやすい。そして、平行色相の b* (平b*) 及び直交色相の b* (直b*) がともにゼロに近いほど、ニュートラルグレーな白表示及び黒表示が得られる。そこで、平行色相の a* (平a*) と平行色相の b* (直b*) が前記式(II) の関係を満たすこと、すなわち $[(\text{平a}^*)^2 + (\text{平b}^*)^2]^{0.5}$ の値を4.5より小さくすることが必要となる。

【0023】本発明者らの調査によれば、現在市場で販売されている偏光板は、式(I)により計算されるニュートラル係数Np の絶対値が、すべて4を超えるものであった。そこで、ニュートラル係数Np の絶対値を4以下とするためには、偏光板の製造にあたって特別の条件設定が必要となる。具体的には、ヨウ素染色後のホウ酸処理に用いるホウ酸水溶液にヨウ化カリウムを含有させ、その量を水100重量部あたり5重量部以上とし、かつ、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際に、乾燥時間の半分以上が70℃以下の温度となるように乾燥させるという条件が採用される。

【0024】これらの条件について説明すると、まず、ヨウ素染色されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸処理するにあたり、用いるホウ酸水溶液中にヨウ化カリウムを含有させ、その量を水100重量部に対して5重量部以上とする。このホウ酸水溶液中のヨウ化カリウムの量は、好ましくは5～20重量部程度であり、さらには6重量部以上、また18重量部以下となるのが、より好ましい。ホウ酸水溶液中のヨウ化カリウム濃度が低すぎると、得られる偏光板の直交色相がニュートラルグレーとならない。

【0025】また、ニュートラル係数Np の絶対値が小さい偏光板を製造するためには、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルム（偏光フィルム）と保護フィルムとを接着剤を介して貼合した後の乾燥温度も重要であり、この際の温度があまり高くなると、平行色相の b* (平b*) の値が高くなりすぎて、本発明の偏光板を得ることができなくなる。そこで、保護フィルムを貼合した後の乾燥は、その乾燥時間の少なくとも半分が70℃以下の温度となるように行われる。

【0026】このように、白表示及び黒表示がともにニュートラルグレーで、コントラストの高い表示が得られるようにするために、偏光板製造の際に上述の条件設

定が必要となる。また、以上述べたようなホウ酸処理浴の組成及び保護フィルムを貼合する際の乾燥条件が最も重要なが、これらの条件を満たせば必ずニュートラル係数Np の絶対値が4以下になるとは限らないので、通常はその他の条件も含めて、ニュートラル係数Np の絶対値が0以上4以下となり、 $[(\text{平a}^*)^2 + (\text{平b}^*)^2]^{0.5}$ の値が4.5より小さくなるように設定される。具体的には、以下に示す(1)～(4)のいずれか1又は複数の条件を組み合わせて採用するのが好ましい。

10 【0027】(1) ヨウ素染色されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムをホウ酸水溶液で処理する際の温度を70℃以上とする。

(2) ホウ酸水溶液による処理後の水洗を20℃以上の温度で行う。

(3) ホウ酸水溶液による処理後に水洗し、その後乾燥する際の温度を80℃以下とする。

(4) ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルムに保護フィルムを貼合する際の乾燥を、60秒以上行う。

20 【0028】これらの各処理の条件についてさらに詳しく述べると、ヨウ素染色後に行うホウ酸処理の温度も重要な点であって、本発明の偏光板のように、透過率が42.5%以上、好ましくは43%以上、さらに好ましくは43.5%以上で、また偏光度が99%以上、好ましくは99.5%以上、さらに好ましくは99.8%以上であり、高コントラストの偏光板を作製するためには、ホウ酸水溶液の温度を70℃以上とするのが好ましい。この温度は、より好ましくは71℃以上、また85℃以下である。

30 【0029】ホウ酸処理後の水洗は、20℃以上の温度で行うのが適当であり、好適な水洗温度は、20～50℃程度である。この水洗は通常、前述したとおり、ホウ酸処理されたポリビニルアルコール系樹脂フィルムを水に浸漬することにより行われるが、この際の浸漬時間は、通常2～120秒である。最適な水洗条件は、水流の強さなどにも影響されるので、本発明の偏光板を得るためにその都度最適化することが重要である。水洗温度が高すぎたり、水流が強すぎたりして、水洗条件が強くなると、偏光板の直交色相がニュートラルグレーにならないし、一方、水洗温度が低すぎたり、水流が弱すぎたりして、水洗条件が弱くなると、平行色相がニュートラルグレーでなくなる。

40 【0030】水洗後は乾燥処理が施されるが、その際の温度は、80℃以下とするのが適当であり、好ましくは40～70℃である。乾燥温度が高いと、平行色相の値がニュートラルグレーである偏光板が得られにくい。乾燥処理の時間は、通常120～600秒程度である。

【0031】さらに、ヨウ素が吸着配向された一軸延伸ポリビニルアルコール系樹脂フィルム（偏光フィルム）に、接着剤を介して保護フィルムを貼合する際には、先

にも述べたとおり、通常は接着剤が溶剤に溶解した状態で使用されるので、接着剤を介して保護フィルムを貼合した後、溶剤を除去するための乾燥が施されるが、この際の乾燥時間を60秒以上とするのが適当である。この乾燥時間は、一般には1,200秒程度まで十分であり、好ましくは60～300秒である。

【0032】本発明の偏光板を液晶表示素子のフロント偏光板として使用する場合には、波長380nmにおける単体透過率が1%以下となるようにするのが好ましい。例えば、前述したように、偏光フィルムの少なくとも片面に積層される保護フィルムに紫外線吸収剤を含有させることによって、波長380nmにおける単体透過率を低くすることができる。具体的には、紫外線吸収剤の存在により保護フィルム単体の波長380nmにおける透過率が10%以下のものを用いれば、かかる保護フィルム積層後の偏光フィルムの波長380nmにおける単体透過率を概ね1%以下とすることができる。一般に紫外線吸収剤を含有する保護フィルムを用いると、得られる偏光板の平行色相が黄色くなつて、本発明で規定するニュートラル係数Npの絶対値が大きくなりやすいが、所定の条件を採用すれば、このような場合であつても十分に低いニュートラル係数Npの絶対値を達成することができる。

【0033】さて、前述のとおり、前記式(I)の基礎となる平行色相は、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が*

$$Tp(\lambda)(\%) = [\{ (k_1(\lambda)(\%)/100)^2 + (k_2(\lambda)(\%)/100)^2 \} / 2] \times 100 \quad (III)$$

$$Tc(\lambda)(\%) = [\{ (k_1(\lambda)(\%)/100) \times (k_2(\lambda)(\%)/100) + (k_2(\lambda)(\%)/100) \times (k_1(\lambda)(\%)/100) \} / 2] \times 100 \quad (IV)$$

$$= \{ k_1(\lambda)(\%) \} \times \{ k_2(\lambda)(\%) \} / 100 \quad (IV)$$

【0036】こうして得られる平行分光透過率Tp(λ)及び直交分光透過率Tc(λ)から、JIS Z 8729に従つて、それぞれ平行色相のa*及びb*、並びに直交色相のa*及びb*が計算される。

【0037】一方、偏光板の単体透過率Tyは、400～700nmの波長領域において、所定波長間隔dλで、例えば10nmおきに、分光透過率τ(λ)を求め、それから下式(V)によって求めることができ、本発明では、こうして求められる単体透過率Tyが、42.5%以上、好ましくは43%以上、さらに好ましくは43.5%以上となるようにする。

【0038】

※

$$\tau(\lambda) = [\{ k_1(\lambda)(\%)/100 \} + \{ k_2(\lambda)(\%)/100 \}] / 2 \quad (VI)$$

【0041】単体透過率Tyは、偏光板1枚の透過率を表し、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が同一となるよう重ねたときの透過率を平行位透過率Tp、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が直交するよう重ねたときの透過率を直交位透過率Tcと呼ぶ。そして、平行位透

*同一となるように重ねた状態で自然光をあてたときの色相、また直交色相は、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が直交するよう重ねた状態で自然光をあてたときの色相を意味するが、2枚の偏光板をそれぞれの吸収軸が完全に同一となるように、あるいは、完全に直交するよう重ねることは、軸の微調整が難しく、測定に時間がかかる等の問題があることから、実際は、1枚の偏光板に直線偏光をあてて分光透過率を測定し、その値から、JIS Z 8729に従つて平行色相及び直交色相を算出するのが通例である。

【0034】この場合の測定法について一例を説明すると、図1に模式的に示すような測定系で、光源(分光光度計)1からの特定波長λの光が偏光プリズム2を通つて直線偏光となり、この直線偏光が試料である偏光板3を通過した後の光を検出器4で検出し、偏光板3の分光透過率を測定することになる。そしてまず、1枚の偏光板に、その吸収軸と平行方向で波長λの直線偏光をあて、そのときの分光透過率k1(λ)を測定し、次に、その吸収軸と垂直方向で波長λの直線偏光をあて、そのときの分光透過率k2(λ)を測定する。これらの測定を、連続した波長領域について、又は所定の波長間隔で行い、これらの値から、各波長λにおける平行分光透過率Tp(λ)及び直交分光透過率Tc(λ)を、次式(III)及び(IV)により求める。

【0035】

$$\text{Ty}(\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot \tau(\lambda) \cdot d\lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot d\lambda} \times 100 \quad (V)$$

【0039】式中、P(λ)は標準光(C光源)の分光分布を表し、y(λ)は2度視野等色関数を表す。なお、波長λにおける分光透過率τ(λ)は、前述の偏光板にその吸収軸と平行な直線偏光をあてたときの分光透過率k1(λ)及び吸収軸と垂直な直線偏光をあてたときの分光透過率k2(λ)から、下式(VI)により求めることができる。

【0040】

過率Tp及び直交位透過率Tcは、それぞれ、前記式(I)及び式(IV)により求められる平行分光透過率Tp(λ)及び直交分光透過率Tc(λ)から、下式(VII)及び(VIII)により計算することができる。

【0042】

II

12

$$T_p (\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \{ T_p(\lambda)(\%) / 100 \} \cdot d\lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot d\lambda} \times 100 \quad (VII)$$

$$T_c (\%) = \frac{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \{ T_c(\lambda)(\%) / 100 \} \cdot d\lambda}{\int_{400}^{700} P(\lambda) \cdot y(\lambda) \cdot d\lambda} \times 100 \quad (VIII)$$

【0043】さらに、偏光度Pyは、上記のようにして求められる平行位透過率Tp及び直交位透過率Tcから、下式(IX)により求められるが、本発明では、この偏光度が9.9%以上、好ましくは9.9.5%以上、さらに好ましくは9.9.8%以上となるようにする。

【0044】

$$Py (\%) = \sqrt{\frac{T_p - T_c}{T_p + T_c}} \times 100 \quad (IX)$$

【0045】通常は、前述した製造条件を適切に組み合わせることによって同時に、偏光板の単体透過率及び偏光度を、本発明で規定する値とすることができます。また偏光板の単体透過率や偏光度、さらには前述した式

(I)により計算されるニュートラル係数Npや式(I)の基礎となる $[(平a^*)^2 + (平b^*)^2]^{0.5}$ は、各種の条件によって変動し得るので、一般には、簡単な予備実験を行うことにより、本発明で規定する値が得られるよう、条件を設定することができる。

【0046】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によってなんら限定されるものではない。

【0047】以下の例では、偏光板の評価は次のようにして行った。まず、市販の紫外可視分光光度計〔(株)島津製作所製の“UV-2200”〕に偏光プリズムをセットし、直線偏光の透過率が測定できる装置とした。この測定系は、先に説明した図1に示すような構成になっていく。そして、直線偏光と偏光板3の吸収軸が水平となるように配置した場合及び垂直となるように配置した場合のそれぞれの透過率、すなわち水平方向の分光透過率k₁(λ)及び垂直方向の分光透過率k₂(λ)を測定し、前記式(V)、(VII)及び(VIII)により、単体透過率Ty、平行位透過率Tp及び直交位透過率Tcを算出し、さらに前記式(IX)により偏光度Pyを算出した。また、前記式(III)及び式(VI)により求めた平行分光透過率Tp(λ)及び直交分光透過率Tc(λ)から、平行色相及び直交色相をJIS Z 8729に従って計算し、その値をL* a* b* 色度座標で表示した。ニュートラル係数Npは、平行色相のa*及びb* (平a*及び平b*)と直交色相のa*及びb* (直a*及び直b*)から、前記式(I)により計算した。また、平行色相のa*及びb* (平a*及び平b*)から、前記式(II)の基礎となる $[(平a^*)^2 + (平b^*)^2]^{0.5}$ (=Aとする)を計算した。波長380nmにおける単体透過率は、k₁(380nm)及

びk₂(380nm)から、前記式(VI)により算出した。

【0048】実施例1

染色浴及びホウ酸処理浴として、次のものを用意した。

【0049】染色浴：水100重量部あたり、ヨウ素を0.04重量部及びヨウ化カリウムを5重量部それぞれ含有する水溶液。

ホウ酸処理浴：水100重量部あたり、ホウ酸を9.5重量部及びヨウ化カリウムを8重量部それぞれ含有する水溶液。

【0050】厚み75μm、重合度2,400、ケン化度99.9%以上のポリビニルアルコールフィルムを乾式で延伸倍率5倍に一軸延伸し、緊張状態を保ったまま、温度28℃の上記染色浴に80秒間浸漬した。次いで、緊張状態に保ったまま、温度76℃の上記ホウ酸処理浴に240秒間浸漬した。ホウ酸処理終了後、35℃の純水で20秒間洗浄した。水洗後のフィルムを緊張状態に保ったまま、50℃で300秒間乾燥し、ヨウ素系偏光フィルムを得た。

【0051】一方、完全ケン化ポリビニルアルコールの5%水溶液を接着剤とした。上で得られた偏光フィルムの両面にこの接着剤を塗布し、次いで、この接着剤が塗布された各面に、紫外線吸収剤を含有するトリアセチルセルロース製で表面がケン化処理された厚み80μmの保護フィルム(富士写真フィルム株式会社製の“フジタックUV80”)を貼合し、50℃で5分間乾燥して、偏光板とした。得られた偏光板の波長380nmにおける透過率は、0.06%であった。この偏光板について、単体透過率Ty、偏光度Py、平行色相のL*、a*及びb*、並びに直交色相のL*、a*及びb*を求め、さらにそれらから、ニュートラル係数Np及び前記式(II)の基礎となる $[(平a^*)^2 + (平b^*)^2]^{0.5}$ (=A)を求め、その結果を表1に示した。

【0052】実施例2

保護フィルムとして、紫外線吸収剤を含有しない厚み50μmのトリアセチルセルロースフィルム(富士写真フィルム株式会社製の“フジタックSH50”)を使用した以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長380nmにおける単体透過率は38.76%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。

【0053】実施例3

染色浴中に、ヨウ素/ヨウ化カリウム/水の組成が重量比で1/1.4/20の高濃度ヨウ素水溶液を、偏光板

の単体透過率が43.0%程度になるまで添加した以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長380nmにおける単体透過率は、0.11%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。

【0054】比較例1

この例では、ホウ酸処理浴を以下の組成とした以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。

【0055】ホウ酸処理浴：水100重量部あたり、ホウ酸を9.5重量部及びヨウ化カリウムを2重量部それぞれ含有する水溶液。

【0056】得られた偏光板の波長380nmにおける単体透過率は、0.28%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。また、この例で得られた偏光板を反射型液晶表示装置に貼り付けて観察したところ、実施例1又は実施例2の偏光板を貼り付けたものに比較して、白表示が黄色く着色して見えた。

*り付けて観察したところ、実施例1又は実施例2の偏光板を貼り付けたものに比較して、黒表示が青く着色して見えた。

【0057】比較例2

保護フィルムを貼合した後の乾燥温度を73°Cとした以外は、実施例1と同様の方法で偏光板を作製した。得られた偏光板の波長380nmにおける単体透過率は、0.09%であった。この偏光板について実施例1と同様に評価し、その結果を表1に示した。また、この例で得られた偏光板を反射型液晶表示装置に貼り付けて観察したところ、実施例1又は実施例2の偏光板を貼り付けたものに比較して、白表示が黄色く着色して見えた。

【0058】

【表1】

偏光板の光学特性

例 No.	Ty (%)	Py (%)	平行色相			直交色相			Np	A
			L*	a*	b*	L*	a*	b*		
実施例1	44.02	99.89	68.54	-1.67	3.51	0.37	0.69	-3.40	0.42	3.9
実施例2	43.89	99.89	68.38	-1.32	2.66	0.39	0.49	-2.79	0.14	3.0
実施例3	43.27	99.97	67.60	-1.66	2.72	0.12	0.62	-1.81	1.27	3.2
比較例1	44.35	99.16	68.76	-1.62	2.25	2.98	9.21	-26.10	24.9	2.8
比較例2	43.88	99.95	68.38	-2.21	4.89	0.18	0.36	-1.63	3.70	5.4

Ty：単体透過率、

Py：偏光度、

Np：ニュートラル係数、

$$A = [(平a*)^2 + (平b*)^2]^{0.5}.$$

【0059】

【発明の効果】本発明の偏光板を液晶表示装置に適用すると、白表示及び黒表示がともにニュートラルグレーの色相となり、視認性が良好となる。また、白表示が明るく、コントラストの高い表示を達成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】透過率の測定に用いる装置の一例を示す模式図

である。

【符号の説明】

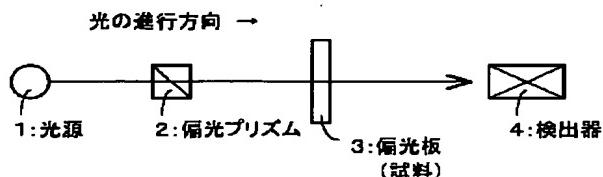
1……光源、

2……偏光プリズム、

3……偏光板（試料）、

4……検出器。

【図1】



フロントページの続き

F ターム(参考) 2H049 BA25 BA27 BB23 BB28 BB33
BB43 BC03 BC22
4F100 AA36A AK21A AR00B BA02
CB00 EJ37 EJ91B GB90
JD14A JN10
4F213 AA19 AD05 AG01 AG03 AH73
WA10 WA15 WA53 WA85 WB01
WB22